

DELPHION**RESEARCH****PRODUCTS****INSIDE DELPHION**[Logout](#) [Work Files](#) [Saved Searches](#)

My Account

Search: Quick/Number Boolean Advanced Der

[Email En](#)**Derwent Record**View: [Expand Details](#) Go to: [Delphion Integrated View](#)Tools: [Add to Work File](#) [Create new Work](#)

Derwent Title: **Stable aq. alkyl tri:alkoxy-silane hydrolysate soln. - used for water-impermeabilising inorganic oxide esp. building material and foamed PVA**

Original Title: [EP0049365A2](#): Stable aqueous impregnating solutions made from hydrolysed alkyltrialkoxysilanes

Assignee: **DYNAMIT NOBEL AG Standard company**
Other publications from [DYNAMIT NOBEL AG \(DYN\)](#)...

Inventor: **SCHMIDT W;**

Accession/

Update:

IPC Code: B05D 5/00 ; C04B 41/28 ; C07F 7/18 ; C08J 9/40 ; C09K 3/18 ; C10M 3/44 ;

Derwent Classes: **A82; E11; L02; P42;**

Manual Codes: A01-A03(Silicon containing monomers, condensants) , E05-E02(Cyclo)aliphatic compound with Si-C bond [general] , L02-D14(Concrete additives and coatings)

Derwent Abstract: [\(EP0049365A\)](#) New stable aq. alkyl-silanol solns. contain 0.5-45 (2-40) wt.% alkyl-trialkoxysilane hydrolysates having formula CH₃CH₂CH₂-Si(OH)_n(OR')_{3-n} (I) (where R' is 1-4C alkyl and n is 1-3) and pref. have pH 2-7. (I) are prepd. by mixing alkyl-trialkoxysilanes with water at pH 1-7 (2-3.5) at room temp. Heating is not required, since silanol- formation is exothermal. Soln. use for the water-repellent impregnation of inorganic oxide-, esp. building material and for camouflage impregnation is claimed.

Family:	PDF Patent	Pub. Date	Derwent Update	Pages	Language	IPC Code
---------	------------	-----------	----------------	-------	----------	----------

	EP0049365A	*	1982-04-14	198216	13	German	C04B 41/28
--	----------------------------	---	------------	--------	----	--------	------------

Des. States: (R) AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

Local appls.: [EP1981000106892](#) Filed:1981-09-03 (81EP-0106892)

	US4708743	=	1987-11-24	198749	4	English	C09K 3/18
--	---------------------------	---	------------	--------	---	---------	-----------

Local appls.:

	DE3173444G	=	1986-02-20	198609		German	C04B 41/49
--	----------------------------	---	------------	--------	--	--------	------------

Local appls.:

EP0049365B	=	1986-01-08	198603		German	C04B 41/28
----------------------------	---	------------	--------	--	--------	------------

Des. States: (R) AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

Local appls.:

	CA1196653A	=	1985-11-12	198550		English	C07F 7/18
--	----------------------------	---	------------	--------	--	---------	-----------

Local appls.:

- US4517375 = 1985-05-14 198522 4 English C07F 7/08
Local appls.: US1986000846496 Filed:1986-03-26 (86US-0846496)
- US4352894 = 1982-10-05 198242 4 English C08J 9/40
Local appls.: US1982000375941 Filed:1982-05-07 (82US-0375941)
- JP57126878A = 1982-08-06 198237 English C04B 41/22
Local appls.:
- DE3037220A = 1982-04-29 198218 German B05D 5/00
Local appls.:

INPADOC [Show legal status actions](#)
Legal Status:

Priority Number:

Application Number	Filed	Original Title
<u>DE1980003037220</u>	1980-10-02	STABILE WAESSRIGE IMPRAENIERLOESUNGEN AUS HYDROLIERTEN ALKYLTRIALKOXISILANAN

Chemical Indexing Codes: [Show chemical indexing codes](#)

Polymer Multipunch Codes: [Show polymer multipunch codes](#)

Title Terms: STABILISED AQUEOUS ALKYL TRI ALKOXY SILANE HYDROLYSATE SOLUTION-WATER IMPERMEABLE INORGANIC OXIDE BUILD MATERIAL FOAM PVA

Index Terms: POLYVINYL ALCOHOL

Pricing Current charges

Derwent Searches: [Boolean](#) | [Accession/Number](#) | [Advanced](#)

Data copyright Thomson Derwent 2003

THOMSON

Copyright © 1997-2005 The Tho

[Subscriptions](#) | [Web Seminars](#) | [Privacy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 049 365
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 81106892.3

(51) Int. Cl.³: C 07 F 7/18
C 04 B 41/28, C 08 J 9/40

(22) Anmeldetag: 03.09.81

(30) Priorität: 02.10.80 DE 3037220

(71) Anmelder: DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT
Patentabteilung Postfach 1209
D-5210 Troisdorf, Bez. Köln(DE)

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
14.04.82 Patentblatt 82/15

(72) Erfinder: Schmidt, Werner, Dr.
Drachenfelsstrasse 49
D-5205 St.Augustin(DE)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

(54) Stabile wässrige Imprägnierlösungen aus hydrolysierten Alkyltrialkoxisilanen.

(57) Die vorliegende Erfindung behandelt wässrige Lösungen von Hydrolysaten definierter Alkyltrialkoxisilane, die wasserlöslich und über einen Zeitraum von mehreren Tagen stabil sind. In diesen Hydrolysaten sind ein bis drei der Alkoxygruppen der Alkyltrialkoxisilane durch OH-Gruppen ersetzt. Der Alkylrest ist bevorzugt der Propylrest; es kann aber auch der Isobutyl- oder Äthylrest sein. Die Herstellung dieser wässrigen Lösungen erfolgt im schwach sauren Milieu im pH-Bereich zwischen 1,0 und 7, bevorzugt zwischen 2,0 und 3,5. Ein zusätzliches Erwärmen soll dabei nicht erfolgen, da die Silanolbildung exotherm ist. Die neuen wässrigen Lösungen eignen sich zum Hydropophobieren von anorganisch oxidischem oder silikatischem Material und zur Imprägnierung von aufgeschäumten Kunststoffen.

A2

EP 0 049 365

-1-

1

Troisdorf, den 19. Aug. 1980
OZ:80072 (3059) Dr.Sk/Ce

5

DYNAMIT NOBEL AKTIENGESELLSCHAFT

Troisdorf, Bez. Köln

Stabile wässrige Imprägnierlösungen aus hydro-
lysierten Alkyltrialkoxisilanen

10 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Lösungen von Silanolen, die durch Hydrolyse von Alkyltrialkoxisilanen hergestellt wurden, deren Alkoxigruppen teilweise oder vollständig hydrolysiert sind. Die Lösungen sind, je nach Herstellbedingungen, bis zu mehreren Tagen stabil. Sie 15 eignen sich im besonderen Maße zum Hydrophobieren von anorganisch-oxidischem Material.

Es ist bekannt, daß Alkyltrialkoxisilane als Imprägniermittel für Mauerwerk, Beton oder anderem anorganisch-oxidischem Material eingesetzt werden können (DE-PS 20 29 446). Diese Alkyltrialkoxisilane sind zwar Flüssigkeiten, sie werden jedoch als verdünnte Lösungen eingesetzt, wobei die bevorzugten Lösungsmittel Alkohole sind. Lösungen in Wasser konnten bisher nicht eingesetzt werden, da die Alkyltrialkoxisilane in Wasser nur sehr wenig oder gar nicht lös-

- 2 -

1 lich sind. Auch eine hydrolytische Abspaltung der Ester-
gruppen führt in der Regel nicht zu einem stabilen wasser-
löslichen Produkt, da unter den Bedingungen der Hydrolyse
die OH-Gruppen der entstehenden Silanole so reaktionsfähig
5 sind, daß sie sehr schnell mit anderen Hydroxylgruppen
reagieren, wobei diese Hydroxylgruppen sowohl von dem an-
organisch-oxidischem Material als auch von benachbarten
Silanolen stammen können. Aufgrund dieser Reaktionsmög-
lichkeiten sind wässrige Lösungen von Alkyltrialkoxisilane
10 nicht stabil.

Andererseits bewirkt die Reaktionsfähigkeit der OH-Gruppen
der Alkylsilanole auch eine schnelle Verankerung der
Alkyltrialkoxisilane auf der anorganisch-oxidischen Ober-
fläche, mit der die bei der Hydrolyse ^{intermediär} entstehenden Sila-
nole reagieren und damit einen festen Verbund zwischen
15 Alkylsilan und der zu imprägnierenden Oberfläche ergeben.
Diese Reaktion, die zu dem festen Verbund führt, kann je-
doch erst nach erfolgter Hydrolyse des Alkyltrialkoxi-
20 silans erfolgen.

Alkoholische Lösungen von Alkyltrialkoxisilanen als Im-
prägnierungsmittel haben weiterhin den Nachteil der Brenn-
barkeit. Besonders beim Arbeiten in geschlossenen Räumen
25 kann der verdunstende Alkohol leicht zu Bränden führen.
Diese Nachteile durch Verwendung von Wasser anstelle des
Alkohols als Lösungsmittel zu vermeiden, war wegen der
Unlöslichkeit der betreffenden Alkyltrialkoxisilane in
Wasser nicht möglich.

30

Im Falle einer hydrolytischen Spaltung im wässrigen Medium
sind aber solche Lösungen wegen der Reaktivität der dabei
sich bildenden Silanole nicht stabil und werden schnell
trübe; diese Instabilität wässriger Lösungen von Silanolen
35 wird durch den in manchen Anwendungsfällen notwendigen

- 3 -

1 Zusatz von basischen Mitteln noch gefördert. (Vgl. US-PS
38 79 206).

Es sind zwar durch die DE-PS 10 69 057 wässrige Lösungen
5 von Alkyltrialkoxisilanen bekannt, die auch als Impräg-
nierungsmittel eingesetzt werden. Hier handelt es sich
aber um spezielle Silane, deren Estergruppierung Glycol-
ester sind, die nur schwer zu hydrolysieren sind und des-
halb ohne besondere Zusätze mit Wasser keine Silanole
10 bilden. In diesen Lösungen liegen also keine Silanole vor.
Auch wirken diese speziellen Silane nicht in der oben be-
schriebenen Weise durch Reaktion freier Hydroxylgruppen
mit der Oberfläche, sondern durch Bildung eines Silikon-
harzes, das auf der Oberfläche einen Film bildet.

15

Es bestand nun die Aufgabe, eine Imprägnierlösung auf der
Basis von Alkyltrialkoxisilanen zu finden, in der diese
Silane in hydrolysierte Form vorliegen, die stabil ist
und die ein nicht brennbares Lösungsmittel enthält.

20

In Erfüllung dieser Aufgabe wurden nun stabile wässrige
Lösungen von Alkyltrialkoxisilanen, bei denen die Alkoxi-
gruppen teilweise oder vollständig durch Hydroxylgruppen
ersetzt sind, gefunden. Die Alkylgruppen dieser Silanole
25 sind gradkettig und können bis zu 4 C-Atomen enthalten.
Die bevorzugte Alkylgruppe ist die n-Propylgruppe. Die
Alkoxigruppen der Alkyltrialkoxisilane, aus denen die
vorliegenden Silanole hergestellt sind, haben Alkylreste
mit 1-4 C-Atomen. Die bevorzugten Silanole entsprechen
30 der Formel $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si(OH)}_n(\text{OR}')_{3-n}$, in der R' für
einen Alkylrest mit 1-4 C-Atomen steht und n Werte zwischen
1 und 3 annehmen kann.

Es wurde überraschenderweise gefunden, daß die genannten
35 Trialkoxisilane sich unter bestimmten Bedingungen zu den

- 4 -

1 entsprechenden wasserlöslichen Silanolen hydrolysieren lassen und daß die erhaltene wässrige Lösung dieser Silanole stabil ist. Es ist zwar bekannt, daß sich beim Mischen von Alkyltrialkoxisilanen mit angesäuertem Wasser 5 die entsprechenden Silanole bilden; wenn keine besonderen Maßnahmen getroffen werden, sind diese Lösungen aber unbeständig. Die beanspruchten Silanole bleiben jedoch in wässriger Lösung stabil, wenn ihre Herstellung bei Zimmertemperatur erfolgt und der pH-Bereich der Lösung zwischen 10 1,0 und 7,0, bevorzugt zwischen 2,0 und 3,5, liegt.

Je näher bei der Herstellung dieser Lösungen der pH-Wert am Neutralpunkt liegt, um so länger dauert die Herstellung der stabilen Silanolösungen. Es ist deshalb zweckmäßig, 15 bei der Herstellung einen pH-Wert von 5,0 nicht zu überschreiten. Technisch akzeptable Herstellzeiten liegen innerhalb des angegebenen bevorzugten pH-Bereichs. Die pH-Werteinstellung erfolgt bevorzugt durch starke Mineralsäuren, wie z.B. Salz- oder Schwefelsäure; es eignen sich 20 dazu aber auch starke organische Säuren, wie z.B. Ameisen- säure.

Die Herstellung erfolgt ohne Erwärmen eines Gemisches aus Alkyltrialkoxisilan und Wasser. Die Wassermenge liegt über 25 der Menge, die für die stöchiometrische Umsetzung notwendig ist. Zweckmäßigerweise stellt man die Lösung so her, daß man bezogen auf die gesamte Lösung, 0,5 bis 60 Gew.-% Alkyltrialkoxisilan einsetzt. Ein Erhitzen dieses Gemisches ist nicht notwendig, da die Silanolbildung exotherm ist. Zur 30 Reaktionsbeschleunigung ist es möglich, das Gemisch geringfügig zu erwärmen; dabei sollten Temperaturen über 40 °C jedoch vermieden werden.

In der erhaltenen Silanolösung ist der bei der Hydrolyse 35 freigesetzte Alkohol noch enthalten. Er braucht nicht

- 5 -

1 abdestilliert zu werden. Diese Silanolösung kann nach Bedarf noch weiter mit Wasser so weit verdünnt werden, wie es für die technischen Anwendungen notwendig ist.

5 Die Konzentration der Alkylsilanole in der Lösung kann zwischen 0,5 und 45 Gew.-% schwanken. Bevorzugt werden 2 bis 40 Gew.-%ige Lösungen eingesetzt.

Der Begriff "stabil" soll im Sinne der vorliegenden Er-
10 findung bedeuten, daß sich die in Lösung befindlichen Silanole nicht spontan zu höher molekularen und in Wasser unlöslichen Siloxanen umsetzen; d.h. die Lösungen bleiben je nach Säuregrad bis über 80 Stunden trübungsfrei und können während dieser Zeitdauer wirkungsvoll zum Impräg-
15 nieren eingesetzt werden. Solche länger stehenden Lösungen können auch Oligomerisierungsprodukte der beanspruchten Silane in Lösung enthalten.

Es wäre zu erwarten gewesen, daß sich mit den neuen
20 wässrigen Lösungen der Alkylsilanole die gleichen Materialien in eben solcher Weise hydrophobieren lassen wie mit einer alkoholischen Lösung von Propyltrialkoxisilan. Es wurde jedoch überraschend gefunden, daß die wässrige Lösung der Silanole eine sehr viel bessere hydrophobierende
25 Wirkung zeigt als alkoholische Lösungen von z.B. Propyltrialkoxisilanen. So genügt z.B. für die Hydrophobierung von geschäumtem Chivadolimni oder Trachyglas, beides silikatische Materialien, die für Isolierzwecke Verwendung finden, bereits eine etwa 0,75 %ige Silanolösung in Wasser,
30 um eine praktisch vollständige Hydrophobierung zu erzielen, während mit einer 1 %igen äthanolischen Lösung des entsprechenden Alkylsilans nur etwa eine 40 %ige Hydrophobierung zu erreichen war (vgl. Beispiel 1). Bei Kalksandstein entspricht die Hydrophobierung mit einer 7,5 %igen Silanol-
35 lösung etwa der Wirkung einer 40 %igen alkoholischen Propyl-

- 6 -

1 trialkoxisilanlösung (vgl. Beispiel 2). Auch poröse Klinker werden mit 1 %iger wässriger Silanollösung besser hydrophobiert als mit einer 40 %igen alkoholischen Propyltrialkoxisilanlösung (vgl. Beispiel 3).

5

Die zu hydrophobierenden Substanzen sind im allgemeinen anorganisch-oxidischer Beschaffenheit, bevorzugt silikatischer Natur, die auch aufgeschäumt sein können. Zu den hydrophobierbaren Substanzen zählen demzufolge synthetische 10 oder natürliche Baustoffe wie Kalksandstein, Naturstein (z.B. Sandstein), Trachyt, Asbest, Asbestzement, Blähton, Beton in seinen verschiedenen Verarbeitungstypen wie z.B. Schwerbeton, Leichtbeton, Gas- und Schaumbeton, Ziegel, Dachsteine, Mörtel und Putze. Diese Materialien können auch 15 am Ort ihrer Herstellung mit den neuen Imprägnierlösungen hydrophobiert werden, ohne daß die Gefahr von Lösungsmittelbränden oder giftigen Abgasen besteht.

Die hydrophobierende Wirkung der wässrigen Silanollösungen 20 beschränkt sich jedoch nicht auf oben genannte oxidisch-silikatische Verbindungen. Auch ein Polyvinylalkohol-Schaumstoff kann mit den neuen Alkylsilanollösungen hervorragend hydrophobiert werden (vgl. Beispiel 5).

25 Beispiel 1

Herstellung einer wässrigen Silanollösung:

50 g Propyltrimethoxisilan werden mit 50 g Wasser gemischt, dem 3 Tropfen 1 %iger HCl zugesetzt waren. Unter Rühren bei Zimmertemperatur hydrolysiert das Silan innerhalb von 10 30 bis 15 Minuten unter schwacher Erwärmung und bildet eine klare Lösung von theoretisch 37 g Silantriol. Die Lösung bleibt bis zum Beginn einer Trübung mindestens drei Tage lang stabil. Sie läßt sich mit beliebigen Mengen Wasser verdünnen, um die für den jeweiligen technischen Verwendungszweck erwünschte Silankonzentration zu erhalten.

- 7 -

¹ Verwendet man statt Propyltrimethoxisilan die entsprechende Äthoxiverbindung, so ergeben sich etwa die gleichen Fakten. Die wässrige Lösung enthält dann theoretisch 29 g Silantriol.

5

Beispiel 2

Hydrophobieren von expandiertem Chivadolimni:

Je 100 g des Minerals Chivadolimni mit einer Körngröße von 0,5 bis 2,5 mm Durchmesser und einem spezifischen Gewicht 10 von 2400 kg/m³ wurden mit je 200 g der unter b - d genannten Hydrophobierlösung innig gemischt und anschließend 2 Stunden bei 120 °C getrocknet. In ein senkrecht stehendes Rohr von 5 cm lichter Weite, das unten mit einem Sieb verschlossen ist, wurde das so vorbehandelte Material in 15 einer Schichthöhe von 24,6 cm eingefüllt und gewogen. Die Füllung wurde oben mit einem Stempel festgehalten. Dann wurde das Rohr bis über die Füllgrenze 15 Minuten lang in Wasser von Zimmertemperatur getaucht, anschließend herausgenommen, 5 min. lang in 45° Neigung abtropfen gelassen und ausgewogen. Die Gewichtsdifferenz des gefüllten Rohres vor und nach dem Tauchen ist ein Maß für die Hydrophobierung. Angegeben werden Gew.-% Wasseraufnahme, bezogen auf das Trockengewicht des eingesetzten Minerals.

25

Tabelle 1

Behandlungsmittel	Wasseraufnahme
a) unbehandelt	265 %
b) Äthanol	236 %
c) PTMO, 1 Gew.-% gelöst in Äthanol	168 %
d) Propylsilanol, 1 Gew.-%, gelöst in Wasser	71 %

35 PTMO=Propyltrimethoxisilan.

- 8 -

- 1 Wie ein Blindversuch mit wassergesättigtem Mineral zeigte,
 betrug die im gefüllten Rohr mechanisch anhaftende Wasser-
 menge jeweils über 50 %, die bei allen genannten Werten
 abgezogen werden muß, so daß die Hydrophobierung nach d)
 5 praktisch vollständig war.

Die Messung mit c) wurde auch nach 16-tägiger Lagerzeit
 des silanisierten Materials durchgeführt. Das Ergebnis
 blieb das gleiche.

10

Beispiel 3

Imprägnieren vnn Kalksandstein:

Ein Kalksandstein wurde 1 Minute lang in die in der
 Tabelle 2 genannten Prüflösungen getaucht, anschließend
 15 7 Tage lang an der Luft bei Zimmertemperatur trocknen
 gelassen, ausgewogen und dann bis zu 1 cm in Wasser ein-
 tauchend hohl gelagert. Bei dem so gelagerten Stein wurde
 die aufgenommene Wassermenge von Zeit zu Zeit ausgewogen.

20

Tabelle 2

Imprägnierlösung	Lagerzeit in Wasser	% Wasseraufnahme
a) Wasser	1 Tage	11,5
	5 "	11,8
	10 "	12,2
b) wässriges Hydrolysat aus 10 % PTMO	1 Tage	0,3
	5 "	1,0
	10 "	1,0
c) alkoholische Lösung von 40 % PTMO	1 Tage	0,4
	5 "	1,0
	10 "	1,1

PTMO = Propyltrimethoxisilan.

35 Aus der Tabelle geht hervor, daß eine mit 10 % PTMO herge-

- 9 -

- 1 stellte Silanolösung ebenso gut hydrophobierend wirkt wie eine 40 %ige alkoholische Lösung des analogen Trimethoxisilans.

5 Beispiel 4

Hydrophobieren von Klinker:

Gebrannte poröse Klinker, sogenannte Zippa-Klinker, wurden wie in Beispiel 2 1 Minute lang in die in Tabelle 3 genannte Prüflösung getaucht. Nach dem Trocknen wurde ausgewogen. Die gewogenen Steine wurden so in Wasser gelegt, daß das Wasser noch 1 cm über der obersten Steinfläche überstand. Bei den so gelagerten Steinen wurde die aufgenommene Wassermenge von Zeit zu Zeit ausgewogen.

15

Tabelle 3

	Imprägnierlösung	Lagerzeit in Wasser	% Wasseraufnahme
a)	Wasser	1 Tage	6,5
		5 "	7,2
		10 "	7,6
b)	wässriges Hydrolysat aus 0,5 % PTMO	1 Tage	1,3
		5 "	1,8
		10 "	2,0
c)	wässriges Hydrolysat aus 1,0 % PTMO	1 Tage	0,6
		5 "	0,8
		10 "	1,0
d)	äthanolische Lösung von 40 % PTMO	1 Tage	0,2
		5 "	0,4
		10 "	1,4

30 PTMO = Propyltrimethoxisilan.

- 10 -

- 1 Über einen Zeitraum von 10 Tagen betrachtet, ist hier eine wässrige Silanollösung aus 1 % PTMO einer 40 %igen alkanischen Silanolösung bereits überlegen.

5 Beispiel 5

Hydrophobieren von Kugeln aus Blähton:

- Die z.B. als Zuschlagstoffe für Beton verwendeten Blähtonkugeln haben einen Durchmesser von 4 bis 8 mm, sind porös und sehr saugfähig. Zur Hydrophobierung wurden
 10 Proben dieser Kugeln mit einer Imprägnierlösung innig vermischt, die jeweils 10 % des Eigengewichts der Kugeln entsprach. Diese Lösungsmenge wurde von den Kugeln ganz aufgenommen. Anschließend wurden die Kugeln 2 Stunden bei 110 °C getrocknet und nach dem Erkalten in ausgewogenen
 15 Portionen unter Wasser gelagert. Von Zeit zu Zeit wurde die Wasseraufnahme der Kugeln bestimmt.

Tabelle 4.

	Imprägnierlösung	Lagerzeit in Wasser	% Wasseraufnahme
20	a) Wasser	1 Tage	18
		3 "	22
		6 "	27
25	b) wässriges Hydrolysat aus 0,1 % PTMO	1 Tage	4
		3 "	6
		6 "	11
30	c) wässriges Hydrolysat aus 2,0 % PTMO	1 Tage	3
		3 "	4
		6 "	8
35	d) wässriges Hydrolysat aus 4,0 % PTMO	1 Tage	1
		3 "	2
		6 "	4
	e) äthanolische Lösung von 0,5 % PTMO	1 Tage	4
		3 "	10
		6 "	15

- 11 -

- 1 f) äthanolische Lösung
von 0,5 % IBTMO

1	Tage	6
3	"	12
6	"	17

- 5 g) äthanolische Lösung
von 4,0 % IBTMO

1	Tage	6
3	"	10
6	"	13

PTMO = Propyltrimethoxisilan

IBTMO = Isobutyltrimethoxisilan.

- 10 Die in der Tabelle angegebenen Prozentzahlen für den Gehalt an Wirkstoff beziehen sich jeweils auf das Gewicht der Kugeln.

- Aus der Tabelle ist ersichtlich, daß der Effekt einer
15 wässrigen Silanolösung aus 0,1 % PTMO von alkoholischen Silanolösungen auch in 5 bis 40-facher Konzentration nicht erreicht werden kann.

Beispiel 6

- 20 Hydrophobieren von Schaumstoff:

Eine 5 mm dicke Polyvinylacetat-Schaumstoffplatte wurde in Streifen von 5 x 17 cm Größe geschnitten. Tauchte man einen solchen Streifen von etwa 14 g Gewicht 15 Minuten lang in kaltes Wasser, so nahm er etwa 200 % seines
25 Trockengewichts an Wasser auf. Dieser Vorgang war reversibel.

- Enthielt das Wasser jedoch ein Hydrolysat aus 2,5 % PTMO, so war der Vorgang nicht mehr reversibel. Nach dem
30 Trocknen betrug die Wasseraufnahme des Schaumstoffstreifens nach 15 Minuten Tauchen dann nur noch 15 %, nach 30 Minuten 19 %. Ein Vergleichsversuch mit einer äthanolischen Lösung von 2,5 % Isobutyltrimethoxisilan ergab als Effekt der Hydrophobierung eine resultierende Wasseraufnahme von
35 80 bis 93 %.

- 1 -

1 Patentansprüche:

1. Stabile wässrige Lösungen von hydrolysierten Alkyltrialkoxisilanen.
- 5 2. Stabile wässrige Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die hydrolysierten Alkyltrialkoxisilane der Formel $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Si(OH)}_n(\text{OR}')_{3-n}$ entsprechen, in der R' für einen Alkylrest mit 1-4 C-Atomen steht und n Werte zwischen 1 und 3 annehmen kann.
- 10 3. Stabile wässrige Lösungen gemäß Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 0,5 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 40 Gew.-%, an hydrolysierten Alkyltrialkoxisilanen.
- 15 4. Stabile wässrige Lösungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung einen pH-Wert zwischen 2 und 7 besitzt.
- 20 5. Verwendung der wässrigen Lösungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 zur hydrophobierenden Imprägnierung von anorganisch-oxidischem Material.
- 25 6. Verwendung der wässrigen Lösungen gemäß Anspruch 5 zur Hydrophobierung von Baumaterialien aus anorganisch-oxidischem Material.
- 30 7. Verwendung der wässrigen Lösungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 zur hydrophobierenden Imprägnierung von verschäumtem Polyvinylalkohol.
8. Verwendung der wässrigen Lösungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4 zu Tarnimprägnierungen.